

First Hit

Japan 61-127721



Generate Collection

Print

L3: Entry 1 of 2

File: JPAB

Jun 16, 1986

PUB-NO: JP361127721A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 61127721 A

TITLE: METHOD OF PURIFYING EPOXY RESIN

PUBN-DATE: June 16, 1986

## INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

MATSUURA, AZUMA

YONEDA, YASUHIRO

NISHII, KOTA

MIYAGAWA, MASASHI

FUKUYAMA, SHUNICHI

## ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

FUJITSU LTD

APPL-NO: JP59250911

APPL-DATE: November 28, 1984

INT-CL (IPC): C08G 59/08; H01L 23/30

## ABSTRACT:

PURPOSE: To purify cresol novolak epoxy resin synthesized by a conventional procedure in high purity with a small loss, by dissolving the resin in an organic solvent, and filtering the solution to remove impurities such as an acid, etc. by an ultrafilter.

CONSTITUTION: Caustic soda is dropped to a mixed solution of cresol novolak and epichlorohydrin to give a cresol novolak epoxy resin, which is dissolved in an organic solvent, washed with water and cleaned slightly, filtered with an ultrafilter to remove impurities such as an acid, base, free ion, etc., washed with a solvent, the solvent is evaporated by heating under reduced pressure, to purify the resin.

USE: Suitable for packaging for semiconductor chips such as IC, LSI, etc.

COPYRIGHT: (C)1986, JPO&Japio

First Hit**End of Result Set**

Generate Collection

Print

L3: Entry 2 of 2

File: DWPI

Jun 16, 1986

DERWENT-ACC-NO: 1986-194133

DERWENT-WEEK: 198630

COPYRIGHT 2004 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Purificn. of epoxy! resin with reduced resin loss - comprises synthesising cresol novolak type epoxy! resin, dissolving in organic solvent and filtering using ultrafiltration membrane

## PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

CODE

FUJITSU LTD

FUIT

PRIORITY-DATA: 1984JP-0250911 (November 28, 1984)

Search Selected

Search ALL

Clear

## PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES

MAIN-IPC



JP 61127721 A

June 16, 1986

003

## APPLICATION-DATA:

PUB-NO

APPL-DATE

APPL-NO

DESCRIPTOR

JP 61127721A

November 28, 1984

1984JP-0250911

INT-CL (IPC): C08G 59/08; H01L 23/30

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 61127721A

## BASIC-ABSTRACT:

Method comprises synthesising a cresol novolak type epoxy resin e.g. by adding caustic soda dropwise to mixt. of cresol novolak and epichlorohydrin, dissolving the resin in an organic solvent, and purifying this resin under filtration of impurities such as an acid, base and free ion using an ultrafiltration membrane.

ADVANTAGE - This method enables a high purity epoxy resin to be obtd. with a reduced resin loss.

In an example, o-cresol novolak (120 pts. wt.) with a hydroxyl equiv. of 120 and a softening pt. of 102 deg.C, and epichlorohydrin (555 pts. wt.) were added into 1 l four-neck flask. A 48.5 wt.% aq. soln. of caustic sods (82.5 pts. wt.) was added dropwise over 3 hrs. under 150 mmHg at 70 deg.C. The water formed by the reaction was removed by azeotrope with epichlorohydrin, and returned to the reaction system after recovery of epichlorohydrin. The reaction system was returned to ordinary pressure after the addn. and water and epichlorohydrin were evapd. at 110 deg.C and

then under 15 mmHg at 140 deg.C The o-cresol novolak type resin thus purified was washed twice with water after adding 250 ml toluene as a solvent. After washing, this was filtered under 4 kg/cm2 using a ultrafiltration membrane. After filtration, toluene was removed by heating under 10 mmHg at 120 deg.C to give an o-cresol novolak type epoxy resin (162 pts. wt.) (yield: 92%).

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/1

TITLE-TERMS: PURIFICATION POLYEPOXIDE RESIN REDUCE RESIN LOSS COMPRISE SYNTHESIS CRESOL NOVOLAK TYPE POLYEPOXIDE RESIN DISSOLVE ORGANIC SOLVENT FILTER ULTRAFILTER MEMBRANE

DERWENT-CLASS: A21

CPI-CODES: A05-C03; A05-C04; A10-E08C; A10-G01B;

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0229 1277 1282 3184 1359 1517 2002 2015 2178 2182 2198 2336 2378 2382 2385 2394 2507 2667 2676

Multipunch Codes: 014 03- 080 140 180 213 214 216 226 231 240 332 336 359 392 398 402 405 408 417 427 528 604 608 681 726

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1986-083635

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1986-145126

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭61-127721

⑪ Int. Cl.<sup>4</sup>C 08 G 59/08  
H 01 L 23/30

識別記号

庁内整理番号

6946-4J  
6835-5F

⑬ 公開 昭和61年(1986)6月16日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 エポキシ樹脂の精製方法

⑮ 特 願 昭59-250911

⑯ 出 願 昭59(1984)11月28日

|         |            |     |                  |          |
|---------|------------|-----|------------------|----------|
| ⑰ 発 明 者 | 松 浦        | 東   | 川崎市中原区上小田中1015番地 | 富士通株式会社内 |
| ⑰ 発 明 者 | 米 田        | 泰 博 | 川崎市中原区上小田中1015番地 | 富士通株式会社内 |
| ⑰ 発 明 者 | 西 井        | 耕 太 | 川崎市中原区上小田中1015番地 | 富士通株式会社内 |
| ⑰ 発 明 者 | 宮 川        | 昌 士 | 川崎市中原区上小田中1015番地 | 富士通株式会社内 |
| ⑰ 発 明 者 | 福 山        | 俊 一 | 川崎市中原区上小田中1015番地 | 富士通株式会社内 |
| ⑰ 出 願 人 | 富士通株式会社    |     | 川崎市中原区上小田中1015番地 |          |
| ⑰ 代 理 人 | 弁理士 松岡 宏四郎 |     |                  |          |

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

エポキシ樹脂の精製方法

## 2. 特許請求の範囲

クレゾールノボラックとエピクロロヒドリンとの混合液に苛性ソーダを滴下するなどの方法でクレゾールノボラック型エポキシ樹脂を合成したる後、該樹脂を有機溶媒に溶解し、限外濾過膜を使用して酸、塩基、遊離イオンなどの不純物を濾過して該樹脂を純化することを特徴とするエポキシ樹脂の精製方法。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は限外濾過膜を用いて行うエポキシ樹脂の精製方法に関する。

現在、コンデンサ、抵抗器などの受動部品を初めとしIC、LSIなどの半導体能動部品に到るまで大部分の電子回路部品のパッケージングには樹脂外装が使用されている。

ここで樹脂外装の構成剤としては電気的特性が

優れていることからエポキシ樹脂が使用されることが多いが、この場合に問題となるのは低応力化と高純度化である。

例えばLSIやVLSIのように集積度が高く、微細な配線パターンをもつチップに樹脂外装を施す場合は封止剤とチップとの熱膨張係数の不整合による歪が増大して配線の変形や樹脂クラックなどを生じて故障発生の原因となり易い。

また樹脂中にナトリウムイオン(Na<sup>+</sup>)や塩素イオン(Cl<sup>-</sup>)などの不純物イオンが含まれていると樹脂中を拡散してチップに達し、湿気と反応して導体線路を形成しているアルミニウム(Al)導体パターンなどを腐食して断線障害を起こす。

本発明はエポキシ樹脂を合成する段階で副生成物として生ずる不純物を除去してエポキシ樹脂を精製する方法に関するものである。

(従来の技術)

エポキシ樹脂を合成するには各種の方法があるが代表的なものとしてはロークレゾールノボラックとエピクロロヒドリンの混合液に苛性ソーダを

滴下して合成する方法である。

この場合は反応によってクレゾールノボラック型エポキシ樹脂が生成されると共に副生成物として水 ( $H_2O$ )、塩化ナトリウム ( $NaCl$ ) を生じ、また合成に使用した材料が未反応物として残留している。

これらの副生成物や未反応物を除去する方法としては水洗洗滌が一般的な方法である。

然し、この方法で高純度のエポキシ樹脂を得るためには水洗の回数を増やす必要があり、合理的ではない。

特にICやLSIなどの半導体チップを外装する場合はAI導体パターンの腐食を無くするために  $Cl^-$  の含有量を少なくとも10 PPM 以下に押さえる必要があり、水洗によってこの値に達するには徒に水洗回数が増えるだけで効率が悪く、洗滌による樹脂の損失も大きくて不経済であり、改善が必要であった。

(発明が解決しようとする問題点)

以上記したようにエポキシ樹脂を合成した後、

これを純化する段階で従来の方法では不純物除去に多くの工数を要し、また樹脂の消耗が多いことが問題である。

(問題点を解決するための手段)

上記の問題はクレゾールノボラックとエピクロルヒドリンとの混合液に苛性ソーダを滴下するなどの方法でクレゾールノボラック型エポキシ樹脂を合成したる後、該樹脂を有機溶媒に溶解し限外濾過膜を使用して酸、塩基、遊離イオンなどの不純物を濾過して該樹脂を純化することとを特徴とするエポキシ樹脂の精製方法により解決することができる。

(作用)

本発明は反応の副生成物や未反応物を除去する方法として1~2回水洗洗滌を行ってかなりの不純物を除いた後、限外濾過膜を使用し溶剤を循環させることによって不純物含有量を10 PPM 以下に減少させるものである。

ここで限外濾過膜はポリイミドなどの材料を用いて作られており、種々な分画分子量のものが市

販されており、使用するエポキシ樹脂の分子量や形状に応じて自由に選択することができる。

図は本発明に係る精製プロセスを示すもので、合成したエポキシ樹脂を適当な有機溶媒に溶かし、2~3回軽く水洗して不純物含有量を或る程度低減させる。

この際に水洗を激しく行くと樹脂と水との分離が不完全となり、それによって樹脂の損失が大きくなるので軽く行うことが望ましい。

水洗洗滌を行った後、分液して得られた樹脂は溶剤と共に原液タンク1に入れ、加圧ポンプ2により樹脂と溶剤との混合物を加圧し、限外濾過器3で濾過する。

ここで濾液は溶剤と不純物とから成るが、蒸溜器4で溶剤を再生し、再び原液タンク1に供給する。

一方、限外濾過器3で濾過された樹脂はそのままの状態では溶剤洗滌を繰り返した後、減圧蒸溜器5に移し、減圧加熱を行って溶剤を蒸発させることにより精製した樹脂を得ることができる。

なお限外濾過器3における溶剤洗滌は初めに加えた溶剤の2~3倍の量が濾過される程度に行うことが好ましく、この方法によりハロゲンイオンなどの含有量が極度に少ないエポキシ樹脂を得ることができる。

(実施例)

水酸基当量120、軟化点102℃のO-クレゾールノボラックを120重量部とエピクロルヒドリン55重量部とを容量が1ℓの4つ口フラスコに加え、反応系の圧力150 mmHg、温度70℃の条件で48.5重量%の苛性ソーダ水溶液82.5重量部を3時間かけて滴下した。

この際、反応により生じた水はエピクロルヒドリンと共沸させることより除去した後エピクロルヒドリンを回収して反応系に戻した。

滴下が終わった後に反応系を常圧に戻し、110℃で水とエピクロルヒドリンを蒸発させ、さらに15 mmHg、140℃で蒸発させた。

このようにして精製したO-クレゾールノボラック型樹脂は塩化ナトリウムなど各種の不純物が

含まれているが、これに溶剤としてトルエンを250 mlを加えて水洗洗滌を2回行った。

水洗後、分画分子量500の限外濾過膜(UH-05, 直径150 mm, 東洋科学産業製)を用い、加圧ポンプ2で4 kg/cm<sup>2</sup>の圧力で加圧して濾過すると共に先に説明した方法でトルエンを循環させ1.5時間かけて限外濾過を行った。

濾過後、精製液を取り出し、減圧蒸溜器5で10 mm Hg, 120℃の条件で加熱してトルエンを除去し、O-クレゾールノボラック型エポキシ樹脂162重量部を得た。

この収率は92%である。

次にNa<sup>+</sup>とCl<sup>-</sup>の濃度測定を行ったところ、それぞれ5 PPMと4 PPMであった。

また比較例として実施例で得られたO-クレゾールノボラック型エポキシ樹脂にトルエン250 mlを加えて溶解した後、従来の方法で水洗洗滌を10回行いPHを8以下にした後に10 mm Hg, 120℃で加熱してトルエンを除去しO-クレゾールノボラック型エポキシ樹脂133重量部を得た。

この場合の収率は76%であり、またNa<sup>+</sup>とCl<sup>-</sup>の濃度はそれぞれ19 PPMと17 PPMと多かった。

(発明の効果)

以上のようにエポキシ樹脂の精製に際して限外濾過膜法を使用すると残留する不純物のみを除去できるので樹脂の消耗が少なく、また高純度の樹脂を得ることができる。

#### 4.図面の簡単な説明

図は本発明に係る限外濾過法を実施する処理行程図である。

図において、

3は限外濾過器、

4は蒸溜器、

である。

代理人 弁理士 松岡宏四郎

